

Japanese Patent Laid-open No. HEI 5-214402 A

Publication date : August 24, 1993

Applicant : Nippon Steel Welding Products & Engineering Co.,  
Ltd.

5 Title : METHOD OF PRODUCING METAL POWDER FOR HOT ISOSTATIC  
PRESSING PROCESS

[Problem to be Solved by the Invention]

As described above, when ball milling is used as a  
10 mean for imparting distortion strain to metal powder for  
use in HIP, contamination with abrasion powder cannot be  
avoided as long as the ball and the container are formed of  
different materials from the metal powder. In this case,  
the higher yield strength the metal powder intrinsically  
15 has and the harder the powder to be distorted, the larger  
the effect are brought upon HIP when high distortion strain  
is given. For this reason, ball milling is inevitably  
strengthened. As a result, the contamination with abrasion  
powder tends to increase more and more. For instance, when  
20 powder of TiAl intermetallic compound is used, the amount  
of contaminant reaches as large as 2%. As a result, the  
characteristics of TiAl processed by the HIP at high  
temperature are known to deteriorate. Since contamination  
with abrasion powder cannot be avoided, it is necessary to  
25 form the ball and the container from the same material as

the metal powder or a material causing no actual damage in terms of material even if contaminated. At present, such a problem has not yet been solved in practice.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-214402

(43)公開日 平成5年(1993)8月24日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

B 2 2 F 1/00  
3/14

識別記号

A  
E

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平4-17770

(22)出願日 平成4年(1992)2月3日

(71)出願人 000233701

日鐵溶接工業株式会社  
東京都中央区築地3丁目5番4号

(72)発明者 熊谷 良平

東京都中央区築地3丁目5番4号 日鐵溶  
接工業株式会社内

(72)発明者 高山 康

東京都中央区築地3丁目5番4号 日鐵溶  
接工業株式会社内

(74)代理人 弁理士 椎名 彊

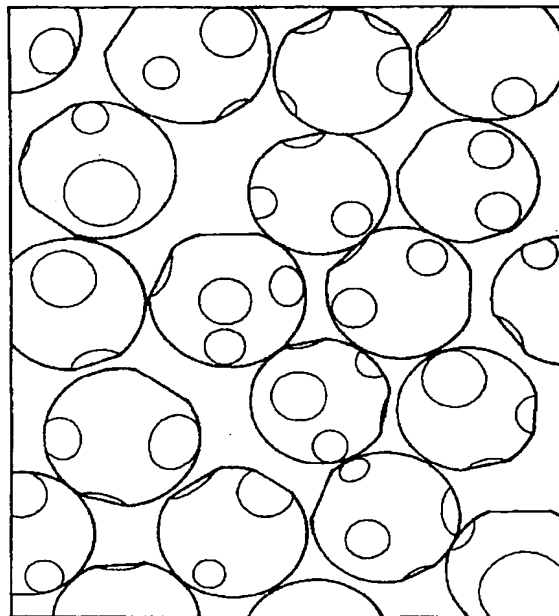
(54)【発明の名称】 熱間等方圧加圧加工用金属粉末の製造方法

(57)【要約】

【目的】 金属粉末から成形体を製造する場合に用いる金属粉末において、この金属粉末にあらかじめCIP技術を応用した変形歪を与えておくことにより、HIP後の強度と延性を向上させること。

【構成】 熱間等方圧加圧により金属粉末から成形体を製造するその金属粉末において、該金属粉末の粒子に冷間等方圧加圧加工を施す熱間等方圧加圧加工用金属粉末の製造方法。

【効果】 CIP技術の特徴である等方圧加圧を利用することにより粉末粒子へ確実に変形を作用せしめる点での安定性と操作の非特異性とをもち、極めて低コストであり、かつ実用性の高いものである。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱間等方圧加工により金属粉末から成形体を製造するその金属粉末において、該金属粉末の粒子に冷間等方圧加工加工を施すことを特徴とする熱間等方圧加工加工用金属粉末の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は熱間等方圧加工によって金属粉末から成形体を製造する際の金属粉末の前処理方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、セラミックスや金属間化合物等の難加工性材料については、鋳造や鍛造による成形体を製造することは困難ないしは製造コスト上問題があるために、熱間等方圧加工（以下HIPという）によって、粉末から成形体を製造する技術の応用が益々増大されつつある。その応用の一つとして特開平2-145701号公報のように、チタン・アルミニウム合金粉末粒を真空容器または不活性雰囲気を充填した容器内に装入し鋼球等を衝突せしめて、この合金粉末粒に歪みを与えることで、合金粉末粒の加圧焼結体の緻密化を、この合金の結晶粒粗大化温度以下で達成できるというものである。すなわち、粉体を容器に充填し、HIP加工を行う場合に用いる粉末にあらかじめ常温で機械的に歪を与えておく、HIPにおける高密度化が容易になり、HIP後の強度と延性が向上するというものである。しかも、これらの粉末に加工歪を与えるための手段として、ボールミルまたは、ボールミルに若干の攪拌翼を付けたアトライターと呼ばれるものが用いられているが、しかし、これらの場合に、ボールや容器内面が摩耗し、粉末に混入するので、品質管理上問題がある。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 上記のように、HIPに用いる金属粉末に変形歪を与える場合の手段として、ボールミリングにおいて、ボールや容器が金属粉末とは別の材料である限りは、その摩耗粉の混入は避けられない。この場合、処理された金属粉末が本来材質的に降伏強度が高く、変形され難い材料ほど、高変形歪を与えた場合のHIPへの影響は大きい。従って、ボールミリングは強化せざるを得ず、そのため摩耗粉の混入は益々増大する傾向となる。例えば、TiAl金属間化合物粉末での適用では、その混入成分は、2%にも達し、その結果TiAlのHIP材の高温性能が劣化することが知られている。このように摩耗粉の混入が避けられない以上、ボールや容器等の材料を金属粉末と同一成分材、もしくは、混入しても材質的に実害を与えない材料にする必要があり、この点の問題は実用的には解決されていないのが実情である。

【0004】 そこで、本発明は、前記実情を鑑み変形歪を与えようとする金属粉末に対して、同じ金属粉末が同

時に相互に変形加工の作用材としても働く方法の一つの対応として、金属粉末を容器に充填し、単軸もしくは多軸加圧を行う方法がある。これはプレス機によっても良く、圧延ロールを利用しても可能である。このようにして加工処理された金属粉末の加工歪は歪量に大きいバラツキを生じ、変形しなかった金属粉末も多量含むことから、これらの知見にもとずき、本発明者らは鋭意検討を重ねた結果、金属粉末への歪の与え方として、冷間等方圧加工（以下CIPという）を利用する方法を提供することを目的とするものである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明はHIP技術を利用して、金属粉末から成形体を製造する場合に用いる金属粉末において、この金属粉末にあらかじめCIP技術を応用した変形歪を与えておくことを特徴とするもので、その発明の要旨とするところは、熱間等方圧加工により金属粉末から成形体を製造するその金属粉末において、該金属粉末の粒子に冷間等方圧加工加工を施すことを特徴とする熱間等方圧加工加工用金属粉末の製造方法にある。

【0006】 以下本発明について詳細に説明する。本発明の特徴とするCIPの方法としては、特別の装置を必要とせず、通常ゴム製容器に金属粉末を充填し、圧力をかけて金属粉末に変形を与える方法で、十分目的を達成することができる。しかし、圧力をかけ過ぎて、ブロックに成形されてしまつては、粉末状で取り出すことが出来ない、成形以前の圧力で行う必要がある。この成形以前の圧力値は適用する金属粉末の材質と形状に影響するので、その金属粉末の材質と形状によって特定すれば良い。また、最終的にHIP技術の適用をするので、HIP時の加圧力が各粒子に均等に作用し、粒子間に空隙欠陥を残さないようにするためCIP技術で変形歪を与える工程では、球形粉の特徴として、ブロック成形されにくく、この目的に対するCIPの圧力には実用的に許容できる十分な範囲をもっていると言うことができる。

【0007】 なお、図1はCIPにより金属粉末に変形歪加工を与えたときの変形の様子を示す電子顕微鏡写真の模式図であつて、図1AはHIPに好適な球状均等径の金属粉末がCIPの際の容器に充填されたときの粉末相互の接触状態を示す模式図であり、図1BはこれにCIP圧力をかけて変形したときの状態を示す模式図である。すなわち、球状粉がCIP後もブロック化しにくいことを示しているものである。この状況については図2によって明確に示されている。図2は本発明によるCIP処理によって金属粉末に歪を与えた、そのHIP材の変形状態を模式した図である。これからも、HIP材の変形している状況がわかる。これに対して、図3は比較のためにCIP処理により金属粉末に変形歪加工を与えないものの電子顕微鏡写真の模式図で、これからわかる

ように、HIP材の変形状態がみられない。

#### 【0008】

【作用】本発明はHIP成形に用いる金属粉末において、あらかじめCIP処理により金属粉末粒子に変形歪を与えるものであるが、このCIPを用いることにより、個々の金属粉末に対し等方圧が加えられるという利点がある。また、粉末自身にデンドライト等にもとづく組織と変形能に異方性があったとしても、CIPを適用することによって、圧力が等方圧であるため確実に変形を与えるということが出来る。このように、変形歪を与えた金属粉末は予め転位を与えているということで、HIP処理における緻密化が確実に進行するからHIP温度で動的再結晶を生ずる結果、HIP処理後のブロックは組織が緻密化し、常温の引張破断強度が向上する。このような効果は殆どの金属系材料においても可能となる。特に鑄造や鍛造では割れが生じて、部材加工が出来ない金属間化合物においては、本発明は極めて有効な加工方法の一つである。

【0009】このような有効な加工方法の適用について、例えば、軽量で高温強度の優れたTiAl金属間化合物について、本発明を適用する場合については、そのCIP加圧圧力は200～500MPaを必要とする。この高温強度の優れたTiAl金属間化合物の粉末は極めて変形しにくい特徴を有し、そのため200MPa未満では変形歪が十分に行われず、そのため前記したHIP緻密化並びにマイクロ組織の微細化においても十分に得られない。しかし、200MPa以上での変形歪であれば、圧力保持時間はそれ程長時間を必要としないが、CIP装置内の加圧を確実にしめるためには少なくとも5分以上保持すれば十分である。

【0010】また、形状記憶材料として知られているNiTi金属間化合物の場合は、TiAl粉末よりも加圧変形が起きやすく、本発明によって歪変形を与えるためのCIP加圧圧力は150～500MPaであれば十分

である。しかし、この場合も加圧時間については装置的に確実にしめるためには、少なくとも5分間この圧力に保持すれば実用化することができる。なお、これらの材料での実施に当って圧力幅があるとは言え、500MPaを越えた場合には、後工程でのHIPにおいて適合しにくくなるのでCIP加圧圧力は後工程であるHIPとの関係に於いて適用しなければならない。

#### 【0011】

##### 【実施例】

##### 10 実施例1

TiとAlの化学成分比が原子比で52:48のTiAl金属間化合物を回転電極法により球形粉末とし、その平均粒径が220μmのものをゴム製容器に充填し、表1の各条件でCIP処理を行った。処理された金属粉末を容器から取り出して、純チタン製カプセルに真空封入し、1,323Kの温度で180MPaの圧力の下に3時間保持のHIP処理を行った。HIP後の材料は、純チタンの容器部分を切削除去した後、組織観察により金属粉末のCIPの圧力、200MPa以上において組織の微細化効果が見られ、更に、600MPaまで上げると金属粉末に割れを生じ異形粒子が増大し、HIPカプセルへの充填密度不均一のため不適となった。従って、表1からわかるように、TiAl金属間化合物の場合はCIPの圧力は200～500MPa、加圧保持時間を5分以上とすることが最適であり、この範囲での適用によってHIP後の組織における微細化効果が得られることを示している。こうように軽い耐熱材料として、しかも特異な機能をもった材料であるTiAl金属間化合物は鑄造成形においては割れが発生し歩留りが悪く、鑄造、圧延成形が殆んど不可能であるが、本発明によって、工業的に実現可能となった。

20

30

#### 【0012】

##### 【表1】

表 1

No	CIPによる変形歪加工			HIP後の組織	備考
	圧力(MPa)	保持時間(分)	粉末状態	微細化効果	
1	—	—	図 3	なし	比較例
2	100	5		なし	比較例
3	200	5	図 2	あり	本発明
4	300	5		あり	本発明
5	400	5		あり	本発明
6	500	5		あり	本発明
7	600	3	粉末の破壊で 異形粒多	—	比較例

## 【0013】実施例2

NiとTiの化学成分比が原子比で50.7:49.3を有するNiTi金属間化合物を回転電極法により球形粉末とし、その平均粒径が $220\mu\text{m}$ のものをゴム製容器に充填し、表2に示す各条件でCIP処理を行った。処理された金属粉末を容器から取り出して、純チタン製カプセルに真空封入し、 $1523\text{K}$ の温度で $180\text{MPa}$ の圧力の下に2時間保持のHIP処理を行った。HIP後の材料は、純チタンの容器部分を切削除去した後、組織観察により金属粉末のCIP処理条件による組織の微細化効果を確認した。その結果、CIPの圧力、 $150\text{MPa}$ 以上においてHIP材の組織微細化が得られ、更に、 $600\text{MPa}$ まで上げると金属粉末の欠けが生じHIPに不適となり、また、 $650\text{MPa}$ では一部

に粒子の欠けにもとずき、ブロック状に成形された。よって、表2からわかるように、NiTi金属間化合物の場合はCIPの圧力は $150\sim 500\text{MPa}$ 、加圧保持時間を5分以上とすることが最適であり、この範囲での適用によってHIP後の組織についての微細化効果が得られることを示している。こうように形状記憶並びに超弾性材料として、しかも難加工材料であるNiTi金属間化合物においてもTiAl金属間化合物と同様、鑄造成形においては割れが発生し歩留りが悪く、鑄造、圧延成形が殆んど不可能であるが、本発明によつて、工業的に実現可能となった。

## 【0014】

【表2】

表 2

No	CIPによる変形歪加工			HIP後の組織	備考
	圧力(MPa)	保持時間(分)	粉末状態	微細化効果	
1	—	—		なし	比較例
2	100	5		なし	比較例
3	150	5		あり	本発明
4	200	5		あり	本発明
5	300	5		あり	本発明
6	400	5		あり	本発明
7	500	5		あり	本発明
8	600	3	粉末の集合塊が発生	—	比較例
9	650	3	ブロック状に成形	—	比較例

## 【0015】

【発明の効果】以上述べたように、本発明は粉末成形法等に使用されている既存のCIP装置をそのまま金属粉末の歪付加を目的として使用し、新しい設備を設ける必要もなく、しかもCIP技術の特徴である等方圧加圧を利用することにより粉末粒子へ確実に変形を作用せしめる点での安定性と操作の非特異性とをもっており、極めて低コストによってその効果を達成でき、かつ、成形加工材の品種の拡大を図ることが出来る実用性の高いもの

であり、工業上の効果は著しいものがある。

## 【図面の簡単な説明】

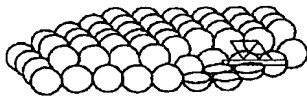
【図1】本発明における金属粉末相互の接触状態を示す電子顕微鏡写真の模式図、

【図2】本発明に係るCIP処理により金属粉末に歪を与えた場合の電子顕微鏡写真の模式図、

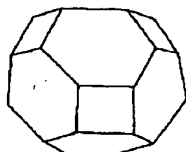
【図3】従来でのCIP処理をしない場合の電子顕微鏡写真の模式図である。

【図1】

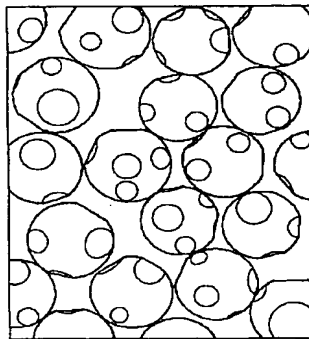
(A)



(B)



【図2】



【図3】

